

DERWENT-ACC-NO: 1984-228123

DERWENT-WEEK: 198437

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Removable pressure-sensitive
adhesive compsn. - obt'd. by
adjusting amts. of rubber-like filler
and liq. softener
to control tensile strength etc.

PRIORITY-DATA: 1982JP-0227673 (December 28, 1982)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	
LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 59135270 A	005	August 3, 1984
	N/A	N/A

INT-CL (IPC): C09J003/12, C09J007/02

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 59135270A

BASIC-ABSTRACT:

Compsn. is prep'd. by a process in which tensile strength and elongation of the adhesive film are controlled by adjusting the quantities of (a) rubber-like filler and (b) liq. softener to obtain the values of 25-40 g/20mm and 2-3 mm, respectively, when measured with 25 g/m² film of the adhesive compsn.

USE/ADVANTAGE - The compsn. combines sufficient initial adhesive strength with improved removability. A sticker, etc. adhered to a substrate with the adhesive compsn. can be removed from the substrate easily without leaving residual adhesive on the substrate surface.

In an example, 100 pts. wt. polyisobutylene rubber, 60

pts. wt. factice as
the solvent-insol. rubber-like filler, 110 pts. wt.
process oil, 50 pts. wt.
tackifier, 100 pts. wt. polybutene, 20 pts. wt. Ti white
and 1350 pts. wt.
toluene were mixed in a Banbury mixer to obtain the
adhesive compsn.

⑯日本国特許庁 (JP)

⑮特許出願公開

⑰公開特許公報 (A)

昭59—135270

⑯Int. Cl.³

C 09 J 3/12

// C 09 J 7/02

識別記号

103

府内整理番号

7102—4 J

6770—4 J

⑯公開 昭和59年(1984)8月3日

発明の数 2

審査請求 有

(全 5 頁)

⑯再剥離型粘着剤組成物及びその製法

⑰特 願 昭57—227673

⑰出 願 昭57(1982)12月28日

⑰發 明 者 大和田哲夫

川崎市麻生区細山4—18—2—
302

⑰發 明 者 地浦武人

川崎市麻生区細山4—18—1—

304

⑰出 願 人 山陽国策パルプ株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4
番5号

⑰代 理 人 弁理士 野間忠夫 外1名

明細書

1. 発明の名称

再剥離型粘着剤組成物及びその製法

2. 特許請求の範囲

1 ポリエラストマーを主剤とする粘着剤において、粘着剤の皮膜強度が25~40 g/20mm、皮膜の伸びが2~3%の範囲に調節された再剥離型粘着剤組成物。

2 ポリ状充填剤と液状軟化剤との配合量を調整することにより粘着剤の皮膜強度及び皮膜の伸びを所求数値に調整することを特徴とする再剥離型粘着剤組成物の製法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はラベルに適した再剥離型粘着剤組成物及びその製法に関するものであり、更に詳しくはラベラー適性を具え且つ貼付数週間後に貼付面を汚すことなく容易に剥離することの可能な粘着剤組成物及びその製法に関するものである。

価値などに使用されるラベルは一般に表面基材層、粘着剤層、剥離紙層から構成されており、印刷

後、打抜加工を行なつて表面基材層と粘着剤層と一緒に打ち抜き、剥離紙層にその儘貼着しておく。この場合に所謂枠取りと称して表面基材層のラベルとならぬ境界部分を除去する作業を行なう場合と行なわない場合がある。枠取りを行なわない場合にはラベルが連続的に連なるため、之をハンドラベラーやオートラベラーなどを用いて繰り出すときに、カットした断面の粘着剤が再着を起こしてラベルが一枚一枚繰り出されず、剥離紙と共に巻き込まれたり、弊がつて出て来るというトラブルが発生する。また値札などは貼付後、一定期間を経て再び剥離出来ることを要求されるが、粘着剤は一般に流動によつて経時的に実効接触面積の増加をもたらすため、貼付面との接着力が上昇し、再剥離が困難となる。

之等の難点を解決するために従来、粘着剤の凝集力を高める方策が採られている。粘着剤の凝集力を大にすることによつて貼付面との接着力を小にし、且つ粘着剤の流動を抑制して再剥離を容易にし様という考え方である。しかしながら粘着剤

の凝集力を大にすると必然的に表面基材への粘着剤の投錠力を弱めることになるので、再剥離時に糊残りが生じ、貼付面を汚染するなどの別のトラブルが発生する。従つて粘着剤の投錠力増進のため表面基材を予めプライマー処理する余分の工程が必要となつてくる。またカットしたラベルの断面で粘着剤が流动自着して了うと、凝集力が高い場合には反えつて自着が強固となり、ラベラーで繰り出すときのラベルの巻込や鱗がりが一層甚しくなる。更に長期経時で粘着剤が貼付面内に入り込んで了う様な場合には凝集力が高いと貼付面との接着力が増大し、再剥離が困難でラベルが破れ了うという弊害が生じる。

之等従来技術の欠点を克服して、ラベラー繰出適性と貼付時の接着特性に優れ、しかも再剥離時には糊残りやラベルの破れを生ずること無く、奇麗に容易に剥離出来る様な理想的な再剥離型粘着剤組成物を得るべく鋭意研究を重ねた結果、上記の公知技術とは考え方を全く異にした新しいタイプの再剥離型粘着剤組成物を製出し得ることを見

出し、本発明を完成するに至つた。

即ち本発明は従来の様に粘着剤の凝集力を上げるのではなく逆に粘着剤の流动は必ず生ずるものとして粘着剤皮膜の強度及び伸びを低下させ、且つ所定の範囲に調整することを原理とするものである。

粘着剤皮膜の強度及び伸びを減少させる方法として本発明においては溶剤不溶性のゴム状充填剤と液状軟化剤とを粘着剤組成物に配合するものである。この2種の成分を介入させることによつて粘着剤の主剤であるゴムエラストマーの凝集力の低下がもたらされ、経時または熟老化後の接着力と貼付初期のそれとの間に大きな変化が無くなり、再剥離型粘着剤として好適なものとなるのである。この事実を数字によつて更に具体的に説明する。

ゴム状充填剤及び液状軟化剤をエラストマーに対して夫々 6.0 phr, 1.10 phr (phrとはエラストマー 100 部に対する重量部、以下同じ) 配合した粘着剤組成物 A と之等を配合しない粘着剤組成物 B を調製し、粘着剤特性を測定した処、下表の

結果が得られた。

測定項目	粘着剤 A	粘着剤 B
粘着剤皮膜：		
破断強度($\sigma/20\text{mm}$)	3.5	1.05
伸び (mm)	2.6	5.3
粘着剤の流动性 (%)	0.03	0.05
接着力： ($\sigma/10\text{mm}$)		
初期 (20°C, 10mm 後)	2.45	2.50
常態 (20°C, 2週間後)	2.70	4.00
熟老化 (70°C, 2週間後)	2.65	8.00 (紙切れ)
保持力 (mm)		
(20°C)	7	7.83
(60°C)	3	4

表中の各項目の測定は次の様にして行なつた。

粘着剤皮膜の破断強度及び伸びは、剥離紙に粘着剤を一定塗工量 (25g/m²) で塗工し、乾燥後、切れ目の付いた表面原紙を貼り合わせ、切れ目部分を直角に 20 mm 幅に切り取り、把み間隔 5 mm、引張速度 50 mm/min で引っ張った時の破断強度 ($\sigma/20\text{mm}$)

及び、その時の伸び (mm) を測定する。粘着剤の流动性は粘着剤の 25 μm 皮膜を 25 mm × 140 mm に採取し、ポリエチルフィルムで挟み、更に全体をステンレス板で挟んで、5 kg の均一荷重を 4.0 °C, 7 日間掛け、流れによる粘着剤の寸法変化率を測定した。また接着力は粘着紙をステンレス板に貼付し、JIS Z-0237 記載の 90° 引剝がし法に準拠して、初期、常態及び熟老化接着力を測定する。保持力は鏡面クロムメッキ板に 1/2 インチ四方接着させ、500 g の死荷重を掛け粘着紙が落下する迄の時間を測定したものである。

上表から明らかな様に本発明によつてゴム状充填剤及び液状軟化剤を配合した粘着剤組成物 A は之等の成分が無配合粘着剤 B に比して皮膜の引張破断強度が著しく低く、皮膜の伸びも約半分に低下している。また加圧下の流动性も低下している。之等の粘着剤特性は接着力及び保持力の測定値に大きく影響し粘着剤組成物 A では経時または熟老化によつて接着力に大きな変化がなく、また温度による保持力の変化率も小さいが、無配合粘着剤

④では接着力についても保持力についても極めて大きな変化が見られる。

即ち無配合粘着剤③は常温で高い凝集力を持ち、初期接着力は粘着剤組成物①と同程度であるにも拘わらず、高温では凝集力が大幅に低下し、之が実効接触面積の増加に繋がり、熱老化後の接着力が大幅に増加して、70℃、2週間の条件では再剥離時に紙切れを起すに至っている。常温の接着力も20℃、1週間後で初期に比べて可成りの上昇を示した。

この様に粘着剤組成物①は再剥離型粘着剤組成物として極めて有望な特性を示したので、更にゴム状充填剤及び液状軟化剤の配合量を変化して粘着剤皮膜の強度及び伸びと各種条件下での接着力との関係を追求した結果、皮膜強度として25～40g/20mm²、皮膜の伸びとして2～3mmの範囲に調整すれば、初期接着力と70℃、2週間熱老化後の接着力の差が150g/10mm以下となり、再剥離型粘着剤組成物として好適であることを認め込んで至つたのである。ゴム状充填剤及び液状軟化剤

の配合量が多過ぎて、皮膜強度が25g/20mm²以下、或いは皮膜の伸びが2mm以下になると、初期接着力が低下してラベル用粘着剤としての役に立たなくなる恐れが生じ、またゴム状充填剤及び液状軟化剤の配合量が少な過ぎて皮膜強度が40g/20mm²以上、或いは皮膜の伸びが3mm以上になると、熱老化後接着力が大幅に増大し、再剥離型粘着剤組成物としての性能が低下して目的とする効果が得られないことは言う迄もない。

本発明において溶剤不溶性ゴム状充填剤としてはサブ(ファクチス)或いは粉碎加硫ゴムを使用することが出来る。配合量は上述粘着剤皮膜の強度及び伸びを所定の範囲に調整出来る量であり、具体的には4.0～8.0phr、好ましくは6.0～7.0phrの範囲が良い。この充填剤は溶剤分散が困難であるから、パンパリーミキサー或いは2本ロールでゴムエラストマーと予め混練しておくことが望ましい。液状軟化剤としては通常ゴム伸展油として用いられる鉱物油、ポリブテン、液状ポリイソブレンなどが使用出来、単独或いは併用も可能であ

る。配合量はゴム状充填剤の場合と同様、粘着剤の皮膜強度と伸びによつて規制されるが、150～250phrの範囲、殊に180～220phrが好適である。

本発明の再剥離型粘着剤組成物の主剤であるゴムエラストマーについては天然ゴム、低スチレンSBR、ナチュラルゴム、ポリイソブレンゴムなど公知のものが使用出来るが、耐老化性を考慮すると不飽和結合を持たないポリイソブレンゴムが特に適している。粘着剤の構成上必須の成分である固体粘着付与剤としてはロシン及びその誘導体、石油系樹脂、テルペン系樹脂が使用出来、軟化点100℃以上の樹脂が特に適している。配合量は3.0～7.0phr、好ましくは4.0～5.0phrである。その他の配合成分としてラベルの隠蔽性を向上させる目的で、二酸化チタンなどの顔料を2.0phr程度添加することが可能であり、この時にはゴムエラストマーとパンパリーミキサー或いは2本ロールで混練して使用するか、または液状軟化剤と3本ロール或いはアトライダーなどで混練ベース

ト状にして使用することが好ましい。またゴムエラストマーの老化を抑制する目的で老化防止剤を使用することが望ましい。老化防止剤としてはフェノール系、アミン系、礦系の老化防止剤が利用出来、配合量は0.5phrでその効果が發揮出来る。粘着剤は固体分約25%になる様にトルエンなどの溶剤に上記配合物を溶解、分散することによつて得られる。溶解、分散は通常のミキサーにて行なうことが出来る。

かくして得られる再剥離型粘着剤組成物は粘着剤皮膜の強度及び伸びが低いためにラベラーで線出する時に粘着剤の再自着によるラベルの繋がり、巻込みなどのトラブルが無く、また実効接触面積の安定化が可能で、経時または老化による接着力の上昇が無いので、容易に、また奇麗に再剥離することが出来る。更に粘着剤の凝集力を増大させる従来法で不可欠であつたプライマー処理を全く必要としないなどこの種の粘着剤製造上真に画期的な技術と言うことが出来る。

以下に実施例を挙げて説明する。

実施例

主剤としてポリイソブチレンゴムを使用し、次ぎの組成の粘着剤を作製した。

ポリイソブチレン（商品名、ビスタネックスMML-120；エッソスタンダード社製）	100部
ゴム状充填剤（商品名、白サブ；日本サブ化工社製）	6.0
液状軟化剤（商品名、スワフレックス4053；丸善石油社製）	11.0
粘着付与剤（商品名、アルコンP-115；荒川化学社製）	5.0
ポリブテン（商品名、HV-300；日石ポリブテン社製）	100
二酸化チタン（商品名、タイペークCR-90；石原産業社製）	2.0
トルエン	13.50

先ずポリイソブチレンに所定量のゴム状充填剤を添加し、パンパリー・ミキサーを用いて室温で30秒間混練した。別に液状軟化剤とポリブテンの混合物に二酸化チタンを加え、アトライターで同様に1.5秒間混練し、ペースト状組成物とした。次いで2種の混練物を合し、粘着付与剤を添加し、再びパンパリー・ミキサーで充分混練した後、トル

エンを加えて溶解分散し、再剝離型粘着剤組成物を得た。

この粘着剤を片面ポリエチレンコート紙にシリコーン樹脂を塗布した坪量120g/m²の剝離紙（商品名、EK120D2；創研化工社製）に塗工量が2.5g/m²（固形分）となる様にテストコーティング用いて塗工し乾燥した。次いで表面基材として坪量66.3g/m²の上質紙（商品名、KYP；山陽国策パルプ社製）を貼り合せて粘着シートとした。得られた粘着シートをバッドカット（枠取りをせずラベルが連続的に繋がっている加工方法）してラベル加工し、このラベル40枚分を70℃で7日間放置後、ラベリングマシンを用いて張力700g/20mm、引張速度300mm/minでラベルを繰り出した時ラベルが剝離紙と一緒に巻き込まれるもの、及び繋がつて出て来るものの枚数を測定し、ラベラー適性を評価した。

またこのラベル40枚をステンレス板に貼付し、貼付直後、20℃、1週間後及び70℃、2週間後に再剝離して、剝離及び糊残りの状況を観察した。結果は3段階評価とし、剝離が容易なものを○、

稍々重いものを△、剝離が困難でラベルが破れたものを×とし、夫々40枚中の枚数で表わした。之等の結果を第1表に示した。

第1表

測定項目	実施例	比較例
ラベラー適性：		
巻込み（枚/40枚）	0	23
つながり（ ” ）	0	13
再剝離性：（枚/40枚）		
初期（20℃、10秒後）	○ 40	○ 40
常態（20℃、1週間後）	○ 40	○ 32 △ 8
熟老化（70℃、2週間後）	○ 40	△ 13 × 27

比較例

実施例と同様にポリイソブチレンゴムを主剤として使用し、ゴム状充填剤と液状軟化剤の配合を行なわない、下記組成の粘着剤を作製した。

ポリイソブチレン（商品名、ビスタネックスMML-120；エッソスタンダード社製） 100部

粘着付与剤（商品名、アルコンP-115；荒川化学社製） 4.0

ポリブテン（商品名、HV-300；日石ポリブテン社製） 60部
二酸化チタン（商品名、タイペークCR-90；石原産業社製） 2.0
トルエン 84.0

ポリイソブチレンを単独でパンパリー・ミキサーで混練し之に二酸化チタンとポリブテンの混練ペーストを加え、更に粘着付与剤を添加して充分混練した後、トルエンを加え、均一な粘着剤組成物とした。

この粘着剤を用いて実施例と全く同様にして粘着シートを作製し、ラベラー適性及び再剝離性の評価を行なつた。結果は第1表に併載した。

第1表の実施例と比較例を見て明らかに、本発明による再剝離型粘着剤組成物を用いたラベルは、ラベラー適性が卓絶し、巻込みや繋がりのトラブルが皆無であるばかりでなく、再剝離性においても放置条件の如何を問わず、極めて優れた結果を示し、試験した40枚のラベルは奇麗に且つ容易に剝がすことが出来た。之に対し、ゴム状充填剤と液状軟化剤の配合を省略した通常の粘着

剤組成物を用いたラベルでは可成りの数の巻込みや繋がりが見られ、また再剥離性も貼付初期においては問題が無いが、放置によつて剥離の重くなるものが増し、特に70℃、2週間の熱老化後は試験したラベルの半数以上が剥離困難で紙切れを生じた。

特許出願人 山陽国策バルブ株式会社
代理人 弁理士 野間忠夫
弁理士 野間忠之

